

真空環境下におけるアウトガス評価技術

千葉ラボラトリー 水野 ゆかり・坂本 保子

1 はじめに

真空技術は半導体、食品、医療分野において製造技術や加工技術として広く活用されています。また、航空や人工衛星などの宇宙産業においても評価技術が求められています。製品への付着汚染、レンズの曇りや真空度低下などの影響が生じるため、使用材料からのアウトガス低減は製造設備内の真空度保持や製品の品質管理に重要とされています。材料評価を目的とする真空中でのアウトガス評価法としては、四重極質量分析計を用いた方法、水晶発振子マイクロバランス (QCM) 法¹⁾を用いた手法が存在するほか、基板への凝集物を重量や表面分析により評価する米国試験規格ASTM E595²⁾などがありますが、これらの手法はいずれも成分分離をしない評価手法であり、特に有機成分の組成解析には課題がありました。そこで当社では、独自に作成した真空チャンバーシステムを使用し、使用環境に近い真空度および温度におけるアウトガス成分の定性、定量分析サービスを実施しています。

2 真空チャンバーシステムの特徴

当社の真空チャンバーシステムの概要図を図1に、代表的な評価対象成分とチャンバーの仕様を表1に示します。内容積5.5リットルのSUS製真空チャンバーと2種類の真空ポンプおよびヒーターで構成されており、試料ステージの温度コントロールも可能です。真空度は大気圧から 10^{-4} パスカル (Pa) まで、温度は室温から230℃までの試験に対応可能です。また、評価対象成分はこのほかにも幅広く対応でき、お客様のご要望により分析設計いたします。

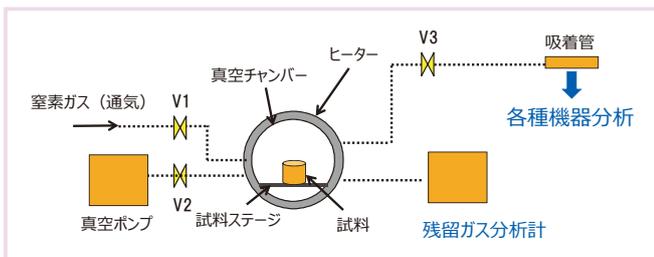


図1 真空チャンバーシステム概要

表1 代表的な評価成分とチャンパー仕様

| 評価成分 | 真空度 | 加熱温度 | 捕集方法 | 測定方法 |
|---|-------------------------------|-----------------|--|------------------------------------|
| 有機成分 ・総有機物量 (C6~C30) ・フタル酸エステル類 ・リン酸エステル類 ・シロキサン類 (D3~D12) | 大気圧 ↓ 10^{-4} Pa 台 | 室温 ↓ 230℃ | 目標真空度 到達後密閉 ↓ 発生したガス を吸着材に 捕集 | 加熱脱離 - ガスクロマト グラフ - 質量分析計 |
| ガス成分 H ₂ , O ₂ , CO ₂ , H ₂ O など (m/z 2 ~ 200 まで) | | | 真空排気中に モニタリング | 残留ガス 分析計 (RGA) |

3 アウトガス評価事例

試料にポリエチレンペレットを用いて、大気圧、 10^{-1} Pa、 10^{-2} Pa および 10^{-4} Paの真空環境で発生したアウトガス成分をガスクロマトグラフ質量分析計で測定した結果を図2に示します。試料をチャンパー内に入れ、設定した真空度までポンプで吸引した後にチャンパーを密閉し、密閉環境で発生したアウトガス成分を捕集材に吸引し、ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS) で測定します。チャンパー内のガスとチャンパー内壁に付着した成分を個別に測定し、両データを合わせたものが試料からのアウトガスに相当します。大気圧では炭素数14 (C14) のテトラデカンまでしか検出されないのに対し、 10^{-1} Pa、 10^{-2} Paおよび 10^{-4} Paの測定では炭素数18 (C18) のオクタデカンまで検出され、真空中では高沸点成分の発生が促進されることが分かります。

4 まとめ

真空環境下で使用する材料の選定や課題解決においては個別の化学物質として評価することが有効です。またアウトガス評価は、使用環境に近い試験条件で測定することが重要と言えます。今後ますます幅広い産業分野への応用が期待される真空技術の発展に、当社のアウトガス評価技術で貢献いたします。

- 1) 今川吉郎, 馬場尚子: アウトガスレート測定試験装置における極低温シュラウドの効果について, 宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-03-018 (2004.3)
- 2) ASTM E 595 Standard Test Method for Total Mass Loss and Collected Volatile Condensable Materials from Outgassing in a Vacuum Environment

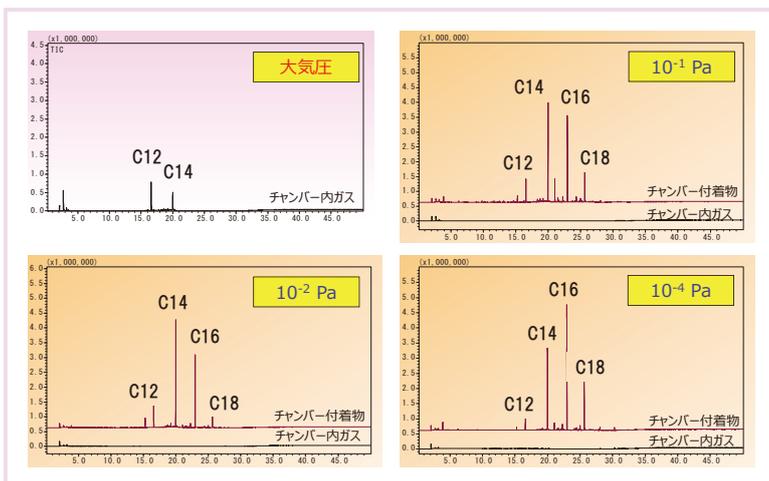
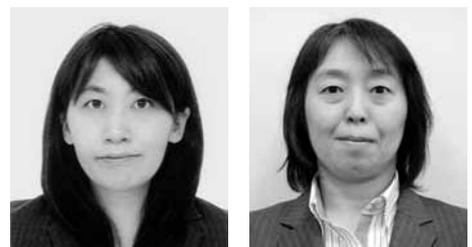


図2 ポリエチレンペレットのアウトガス測定結果 (GC-MS)



水野 ゆかり
(みずの ゆかり)
千葉ラボラトリー

坂本 保子
(さかもと やすこ)
千葉ラボラトリー